

(19)

JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **01203476 A**

(43) Date of publication of application: **16.08.89**

(51) Int. Cl

C09D 3/82
C04B 41/84

(21) Application number: **63028294**

(22) Date of filing: **08.02.88**

(71) Applicant: **TOA NENRYO KOGYO KK**

(72) Inventor: **TANIGUCHI YOSHIKI**
KAYA HIROSHI
FUNAYAMA TORU
KATO TOMOHIRO
TASHIRO YUJI
ISODA TAKESHI

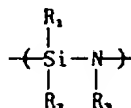
(54) **COATING COMPOSITION AND COATING METHOD**

(57) Abstract:

PURPOSE: To obtain a coating composition giving a coating film consisting of a silicon nitride having excellent heat-resistance, abrasion resistance and chemical resistance, by using a specific polysilazane as an essential component.

CONSTITUTION: The objective composition contains a polysilazane having a straight-chain structure and/or cyclic structure containing the recurring unit of formula (R₁, R₂ and R₃ are H or hydrocarbon group) and a number-average molecular weight of 100W50,000, containing ≥ 3 SiH₃ groups in one molecule and having element ratios of Si: 59W69wt.%, N: 24W34wt.% and H: 5W8wt.%.

COPYRIGHT: (C)1989,JPO&Japio



(54) POLYURETHANE-BASE SYNTHETIC RESIN COATING

(11) 1-203475 (A) (43) 16.8.1989 (19) JP
 (21) Appl. No. 63-29787 (22) 9.2.1988
 (71) NOBUYOSHI NAGATA (72) NOBUYOSHI NAGATA
 (51) Int. Cl¹. C09D3/72

PURPOSE: To obtain the above coating having improved interlaminar adhesivity without deteriorating other properties as a coating film, by compounding a urethanized material having radically polymerizable group and isocyanate group.

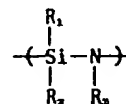
CONSTITUTION: The objective coating contains a urethanized material having polymerizable isocyanate group. The urethanized material is preferably a compound having radically polymerizable unsaturated group and unreacted isocyanate group and produced by the addition reaction of a polyisocyanate such as tetramethylene diisocyanate with a hydroxyl-containing polymerizable compound. The amount of the hydroxyl group of the polymerizable compound is 0.1~0.9 equivalent based on 1 equivalent of the isocyanate group of the polyisocyanate.

(54) COATING COMPOSITION AND COATING METHOD

(11) 1-203476 (A) (43) 16.8.1989 (19) JP
 (21) Appl. No. 63-28294 (22) 8.2.1988
 (71) TOA NENRYO KOGYO K.K. (72) YOSHIAKI TANIGUCHI(5)
 (51) Int. Cl¹. C09D3/82, C04B41/84

PURPOSE: To obtain a coating composition giving a coating film consisting of a silicon nitride having excellent heat-resistance, abrasion resistance and chemical resistance, by using a specific polysilazane as an essential component.

CONSTITUTION: The objective composition contains a polysilazane having a straight-chain structure and/or cyclic structure containing the recurring unit of formula (R₁, R₂ and R₃ are H or hydrocarbon group) and a number-average molecular weight of 100~50,000, containing ≥ 3 SiH₃ groups in one molecule and having element ratios of Si: 59~69wt.%, N: 24~34wt.% and H: 5~8wt.%.

**(54) SOLVENTLESS COATING**

(11) 1-203477 (A) (43) 16.8.1989 (19) JP
 (21) Appl. No. 63-26958 (22) 8.2.1988
 (71) EE B C SHOKAI K.K. (72) MASAHIRO UCHIDA
 (51) Int. Cl¹. C09D5/00

PURPOSE: To obtain the above semigloss or matte coating having a glossiness adjustable by the control of the amount and particle diameter of a synthetic resin filler, by compounding a synthetic resin filler having a specific gravity smaller than that of a synthetic resin used as a base.

CONSTITUTION: The objective coating can be produced by compounding a synthetic resin for a base (e.g., epoxy resin or urethane resin) with preferably about 10~40wt.% of a synthetic resin filler selected from a polypropylene filler or polyethylene filler having particle diameter of preferably 15~100 μ m.

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

平1-203476

⑬ Int. Cl.⁴

C 09 D 3/82
C 04 B 41/84

識別記号

PMM

庁内整理番号

7038-4 J
A-7412-4 G

⑭ 公開 平成1年(1989)8月16日

審査請求 未請求 請求項の数 2 (全7頁)

⑮ 発明の名称 コーティング用組成物及びコーティング方法

⑯ 特 願 昭63-28294

⑰ 出 願 昭63(1988)2月8日

⑱ 発 明 者 谷 口 善 昭 埼玉県入間郡大井町西鶴ヶ岡1丁目3番1号 東亜燃料工業株式会社総合研究所内

⑲ 発 明 者 茅 博 司 埼玉県入間郡大井町西鶴ヶ岡1丁目3番1号 東亜燃料工業株式会社総合研究所内

⑳ 発 明 者 舟 山 徹 埼玉県入間郡大井町西鶴ヶ岡1丁目3番1号 東亜燃料工業株式会社総合研究所内

㉑ 発 明 者 加 藤 智 浩 埼玉県入間郡大井町西鶴ヶ岡1丁目3番1号 東亜燃料工業株式会社総合研究所内

㉒ 出 願 人 東亜燃料工業株式会社 東京都千代田区一ツ橋1丁目1番1号

㉓ 代 理 人 弁理士 池 浦 敏 明 外1名

最終頁に続く

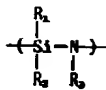
明 細 書

1. 発明の名称

コーティング用組成物及びコーティング方法

2. 特許請求の範囲

(1) 一般式



(式中、 R_1 、 R_2 及び R_3 は各々独立に水素原子又は炭化水素基を表わす。)

で示される繰り返し単位を有する直鎖状構造、環状構造又はこれらの混合構造を包含し、数平均分子量が100-50,000であり、1分子中に3個以上の SiH_2 基を有し、かつ元素比率が $\text{Si} : 59-89$ 重量％、 $\text{N} : 24-34$ 重量％、 $\text{H} : 5-8$ 重量％であるポリシラザンを少くとも含有するコーティング用組成物。

(2) 請求項(1)記載のコーティング組成物を基盤に1回又は2回以上繰り返し塗布した後、焼成し窒化珪素からなる被覆膜を形成させることを特徴と

するコーティング方法。

3. 発明の詳細な説明

(技術分野)

本発明は新規なポリシラザンを必須成分とする耐熱性、耐摩耗性及び耐薬品性に優れたコーティング用組成物及び該コーティング用組成物を使用して窒化珪素質からなる被覆膜を形成させるコーティング方法に関し、更に詳しくは特定の無機ポリシラザンを必須成分とするコーティング用組成物及びこのものを用いたコーティング方法に関する。

(従来技術)

従来より金属材料や無機材料の表面をコーティング処理して、該材料の耐熱性、耐摩耗性、更には耐薬品性を改善することは広く行われている。特に金属材料のコーティング法としては、メッキ、リン酸処理、あるいはクロム酸処理して各種被膜を形成する方法や種々の有機高分子系樹脂と顔料及び必要に応じ添加剤を混合した塗料による塗装法が知られている。

しかしながら、メッキ、リン酸処理あるいはクロム酸処理はその廃液による環境汚染が問題となり、廃液処理には多大の労力と費用を必要とする欠点があり、また各種有機高分子系樹脂塗料は耐熱性が不十分であって、200℃以上で劣化するものが多く、300℃以上の高温下で使用可能なものはほとんどない。

これらの欠点を解消する方法として、シリコン系塗料、ポリチタノカルボシラン系塗料、更にはポリ(ジシル)シラザン重合体等(特公昭61-38933号公報)を使用する方法が提案されている。

しかしながら、シリコン系塗料は200℃以上の高温雰囲気下でも耐熱効果に優れた被膜を与えるものの、ピンホールが発生し易く、またこのピンホールの発生を防止するためにその被膜の膜厚を厚くすると焼成中に被膜にクラックやブリストアが生じたり剥離が生ずる場合がある。このような現象は300℃以上の温度領域下において特に顕著にみられるため、シリコン系塗料を用いる場合には、シリコン樹脂の架橋密度を減少させる

必要があり、このため形成被膜の表面硬度が低下するという難点が生じる。

また、ポリチタノカルボシラン系塗料は低温焼成(400℃以下)における表面硬度が充分でない上、原料製造工程が複雑であり、その製造コストが高額となるという欠点がある。

また、ポリ(ジシル)シラザン系重合体を用いる方法は、750℃以上の高温下で不活性雰囲気又は真空中で熱分解を行うプロセスを採る必要があり、その施行性に多く困難さを伴う。同様にポリシラザンから得られた窒化珪素の被覆膜についての報告もなされているが、クラックが生じており十分実用的価値を有するものが得られていない

(W. S. Cobling et al, "Formation of Ceramic Compositions Utilizing Polymer Pyrolysis", p271-285, Materials Science Research vol1, Emergent Process Methods For High-Technology Ceramics edited by R. F. Dabis et. al, Plenum Press N. Y.).

〔目的〕

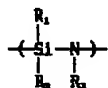
本発明は前記従来技術の有する欠点を克服し、

耐熱性、耐摩耗性及び耐薬品性に優れると共に、表面硬度の高い被膜を与えるコーティング用組成物を提供することを目的とする。

〔構成〕

本発明によれば、

一般式



(式中、 R_1 、 R_2 及び R_3 は各々独立に水素原子又は炭化水素基を表わす。)

で示される繰り返し単位を有する直鎖状構造、環状構造又はこれらの混合構造を包含し、数平均分子量が100-50,000であり、1分子中に3個以上の SiH_3 基を有し、かつ元素比率がSi: 59-69重量%, N: 24-34重量%, H: 5-8重量%であるポリシラザンを少くとも含有するコーティング用組成物が提供される。

この場合、炭化水素基としてはアルキル基、アルケニル基、シクロアルキル基、又はアリール基

等が挙げられる。この場合、アルキル基としては、メチル、エチル、プロピル、ブチル、ペンチル、ヘプチル、オクチル、デシル等及びこれらの各異性体が挙げられ、アルケニル基としては、ビニル、アリル、ブテニル、オクテル、デセニル等及びこれらの各異性体が挙げられ、アリール基としてはフェニル、トリル、キシリル、ナフチル等が挙げられる。

本発明のコーティング用組成物の必須成分であるポリシラザンは、100-50,000の数平均分子量を有するもので、環状ポリシラザン、鎖状ポリシラザンあるいはそれらの混合物から構成される。本発明において好ましく用いられるポリシラザンは、数平均分子量300-20000、更に好ましくは500-4000鎖状ポリシラザンである。

また、好ましいポリシラザンは、上記一般式の R_1 、 R_2 及び R_3 のすべてが水素原子であるものであり、 1H NMRスペクトル測定により得られる1分子中の SiH_3 の数が3個から15個のものであり、特に好ましい範囲は5個から10個のものである。コーテ

ィング用組成物として優れた性能を発揮するためには特に接着性に優れ、硬度が高く高温下においても剥離しないものであることが要求されるが、 SiH_3 基の数は特に接着性の発揮に寄与し得るもので、1分子中3個未満では剥離が容易となり、又、15個以上の場合は、固化が進みすぎるので塗布の作業性に問題点があり、均一な被覆膜を得ることが困難となる。

前記で示したポリシラザンは、たとえば下記に示す方法で合成することができる。

即ち、一般式 SiH_3X_n (式中Xはハロゲン原子である。)で示されるジハロシランと塩基性化合物とを反応させて、ジハロシランのアダクトを形成させたのち、当該ハロシランのアダクトをアンモニアと反応させることにより合成することができる。塩基性化合物としては、ハロシランと反応してアダクトを形成させるものであり、例えばルイス塩基、第三級アミン類(トリアルキルアミン等)、ピリジン、ピコリン及びこれらの誘導体、立体障害性の基を有する第二級アミン類、フォスフィン、

スチビン、アルシン及びこれらの誘導体並びにチオフェン、ケトン、ジオキサン、セレンフェン等を挙げることができる。好ましい塩基性化合物は低沸点でかつアンモニアに比較して塩基性の小さい塩基、例えばピリジン、ピコリン、トリメチルフォスフィン、チオフェン及びフラン等であり、特に好ましい塩基は、ピリジン、ピコリンである。塩基の使用量は臨界的なものでなく、ハロシランに対して化学量論的より過剰に存在させれば足りる。

本発明のアダクトを経由する無機ポリシラザンの合成方法の実施態様としては、第1に上記のハロシランと塩基を反応せしめて生成したアダクトを反応溶媒に加える方法、第2にハロシランを塩基を含有する反応溶媒に加える方法、第3にハロシランを塩基溶媒に加える方法を挙げることができる。

反応溶媒については、非反応性溶媒のうちポリシラザンの溶解度のみに着目してハロシランの溶解度を考慮せず選択することができる。このよう

な溶媒としては例えばヘキサン、ベンゼン、ピリジン、塩化メタン、エーテル、アセトニトリル等の軽質溶媒を使用することができるが、好ましい溶媒として、ピリジン及び塩化メタン等を挙げることができる。又、反応は不活性ガス雰囲気で行なうことが好ましく、不活性ガスとしては窒素又はアルゴン等を使用することができる。

反応条件については、温度として $-78^\circ\text{C} \sim 100^\circ\text{C}$ を採用することができる。反応温度が -78°C 以下の場合には、反応溶媒に可溶なポリシラザンの収率が低下し、又、反応温度が 100°C を越えた場合は生成したポリシラザンが再び分解するので好ましくない。又、反応圧力及び反応時間は特に限定されるものではない。

上記の如き反応により、生成したポリシラザンは溶媒中に溶解した状態で得ることができるので、副生したアンモニウム塩を例えば濾過等により分離し、次にポリシラザン溶液から溶媒を除去すると無色透明な液状のポリシラザンが得られる。

本発明において、前記ポリシラザンを用いてコ

ーティング用組成物を形成するには、通常ポリシラザンを溶剤に溶解させればよい。溶剤としては、脂肪族炭化水素、脂環式炭化水素、芳香族炭化水素の炭化水素溶媒、ハロゲン化メタン、ハロゲン化エタン、ハロゲン化ベンゼン等のハロゲン化炭化水素、脂肪族エーテル、脂環式エーテル等のエーテル類が使用できる。好ましい溶媒は、塩化メチレン、クロロホルム、四塩化炭素、ブromホルム、塩化エチレン、塩化エチリデン、トリクロロエタン、テトラクロロエタン等のハロゲン化炭化水素、エチルエーテル、イソプロピルエーテル、エチルブチルエーテル、ブチルエーテル、1,2-ジオキシエタン、シオキサン、ジメチルジオキサン、テトラヒドロフラン、テトラヒドロピラン等のエーテル類、ペンタンヘキサン、イソヘキサン、メチルペンタン、ヘプタン、イソヘプタン、オクタン、イソオクタン、シクロペンタン、メチルシクロペンタン、シクロヘキサン、メチルシクロヘキサン、ベンゼン、トルエン、キシレン、エチルベンゼン等の炭化水素等である。

これらの溶剤を使用する場合、前記ポリシラザンの溶解度や溶剤の蒸発速度を調節するために、2種類以上の溶剤を混合してもよい。

溶剤の使用量(割合)は採用するコーティング方法により作業性がよくなるように選択され、またポリシラザンの平均分子量、分子量分布、その構造によって異なるので、コーティング用組成物中溶剤は90重量%程度まで混合することができ、好ましくは10-50重量%の範囲で混合することができる。

また溶剤濃度は原料シラザンの平均分子量、分子量分布、その構造によって異なるが、通常0-80重量%の範囲で良い結果が得られる。

また、本発明においては、必要に応じて適当な充填剤を加えてもよい。充填剤の例としてはシリカ、アルミナ、ジルコニア、マイカを始めとする酸化物系無機物あるいは炭化珪素、窒化珪素等の非酸化物系無機物の微粉等が挙げられる。また用途によってはアルミニウム、亜鉛、銅等の金属粉末の添加も可能である。さらに充填剤の例を詳しく述べれば、ケイ砂、石英、ノバキュライト、ケ

イ藻土などのシリカ系；合成無定形シリカ；カオリナイト、雲母、滑石、ウオラストナイト、アスベスト、ケイ酸カルシウム、ケイ酸アルミニウム等のケイ酸塩；ガラス粉末、ガラス、中空ガラス球、ガラスフレーク、泡ガラス球等のガラス体；窒化ホウ素、炭化ホウ素、窒化アルミニウム、炭化アルミニウム、窒化ケイ素、炭化ケイ素、ホウ化チタン、窒化チタン、炭化チタン等の非酸化物系無機物；炭酸カルシウム；酸化亜鉛、アルミナ、マグネシア、酸化チタン、酸化ベリリウム等の金属酸化物；硫酸バリウム、二硫化モリブデン、二硫化タングステン、弗化炭素その他無機物；アルミニウム、ブロンズ、鉛、ステンレススチール、亜鉛等の金属粉末；カーボンブラック、コークス、品鉛、熱分解炭素、中空カーボン球等のカーボン体等があげられる。

これら充填剤は、針状(ウィスカーを含む。)、粒状、鱗片状等種々の形状のものを単独又は2種以上混合して用いることができる。又、これら充填剤の粒子の大きさは1回に塗布可能な膜厚より

も小さいことが望ましい。また充填剤の添加量はポリシラザン1重量部に対し、0.05重量部-10重量部の範囲であり、特に好ましい添加量は0.2重量部-3重量部の範囲である。又、充填剤の表面をカップリング剤処理、蒸着、メッキ等で表面処理して使用してもよい。

コーティング用組成物には、必要に応じて各種顔料、レベリング剤、消泡剤、帯電防止剤、紫外線吸収剤、PH調整剤、分散剤、表面改質剤、可塑剤、乾燥促進剤、流れ止め剤を加えてもよい。

上記のように調製された本発明のコーティング用組成物は均一に溶解、分散させて金属、セラミックス、プラスチック等の基盤にコーティングされる。コーティングとしての塗布手段としては、通常の塗布方法、つまり浸漬、ロール塗り、バー塗り、刷毛塗り、スプレー塗り、フロー塗り等が用いられる。又、塗布前に基盤をヤスリがけ、脱脂、各種ブラスト等で表面処理しておくことコーティング組成物の付着性能は向上する。このような方法でコーティングし、充分乾燥させた後、加熱・

焼成する。この焼成によってポリシラザンは架橋、縮合して硬化し、強靱な被膜を形成する。

上記焼成条件はポリシラザンの分子量や構造によって異なるが0.5-10℃/分の緩やかな昇温速度で100℃-1000℃の範囲の温度で焼成する。好ましい焼成温度は200℃-500℃の範囲である。焼成雰囲気は空気中あるいは不活性ガスのいずれであってもよいが、非酸化性雰囲気であればSi-N結合を、酸化又は加水解性雰囲気であればSi-O結合の被膜を形成するので、基盤に応じて雰囲気を適当に選択することができる。

【効果】

本発明のコーティング用組成物は、前記ポリシラザンを必須成分としたことから、低温焼成で表面硬度が高く耐摩耗性に優れるとともに耐耐蝕性に優れた被膜を与える。したがって、本発明のコーティング用組成物は、鉄、アルミニウム、銅、ステンレス鋼、貴金属等の金属類やセラミックスの表面保護剤として好適なものである。

また本発明のコーティング用組成物は電子部品

用の多層配線の絶縁膜としても利用することができる。

【実施例】

以下、実施例により本発明を更に詳細に説明する。

実施例1

(ポリシラザンの合成)

内容積500mlの四つ口フラスコにガス吹きこみ管、メタニカルスターラー、ジュワーコンデンサーを装置した。反応器内部を脱酸素した乾燥窒素で置換した後、四つ口フラスコに脱気した乾燥ピリジン280mlを入れ、これを氷冷した。次にジクロロシラン51.6gを加えると白色固体状のアダクト($\text{SiH}_2\text{Cl}_2 \cdot 2\text{C}_2\text{H}_5\text{N}$)が生成した。反応混合物を氷冷し、攪拌しながら、水酸化ナトリウム管及び活性炭管を通して精製したアンモニア30.0gを吹き込んだ。

反応終了後、反応混合物を遠心分離し、乾燥ピリジンを用いて洗浄した後、更に窒素雰囲気下で濾過して、濾液520mlを得た。濾液5mlから溶媒を

減圧留去すると樹脂状固体無機シラザン0.98gが得られた。

得られたポリシラザンの数平均分子量はGPCにより測定したところ、2200であった。また、このポリマーのIR(赤外吸収)スペクトル(溶媒:乾燥オルト-キシレン;ポリシラザンの濃度:9.8g/g)を検討すると、波数(cm^{-1})3350及び1175のNHに基づく吸収;2170($\nu=3.14$)のSiH基に基づく吸収;1020~820のSiH基及びSiNSi基に基づく吸収を示すことが確認された。またこのポリマーの $^1\text{H-NMR}$ (プロトン核磁気共鳴)スペクトル(60MHz、溶媒 CDCl_3 /基準物質TMS)を検討すると、いずれも幅広い吸収を示していることが確認された。即ち δ 4.8及び4.4(br, SiH);1.5(br, NH)の吸収が確認された。1分子中のSiH₂は7個であった。

(コーティング組成物の調製)

前記で得たポリシラザン(A)をオルトキシレンで濃度調整し、60重量%とする。この組成物に対し重量比で0.5倍の充填剤SiC(平均粒子径 約10ミクロン)を加え、SUS304基盤(70mm×30mm×1mm)

の表面に刷毛にて塗布した。基盤に塗布した後、窒素雰囲気下なる乾燥炉内で加熱乾燥させた。加熱乾燥温度は400℃、1時間とした。昇温速度は3℃/分とした。その結果厚み約160ミクロンなる被膜を得た。この被膜の外観、鉛筆硬度及び基盤目剥離試験を以下の検査方法に従って測定したところ、外観は良好であり、鉛筆硬度(常温)9H以上及び基盤目剥離試験(密着性)は100/100であった。

採用した検査方法は以下に示す通りである。

イ) 外観: 肉眼観察でクラック、色調、その他塗膜の欠点を調べる。

ロ) 鉛筆硬度: JIS K5400に準ずる。

ハ) 基盤目剥離試験(密着性): 塗膜上に鋼ナイフで1mm四方の素材に達する切れ目を基盤目に100個作り、その上にセロハンテープ(積水化学工業)をはりつけた後、そのセロハンテープを上方90°の方向に強くひきはがした時に残っているます目の数で評価する。

実施例2

実施例1の方法で調製したポリシラザンをオルトキシレンで希釈し、更に充填剤としてアルミナ(平均粒子径1 μ 以下)を添加し、ポリシラザン30重量%、オルトキシレン20重量%及びアルミナ50重量%のコーティング用組成物を調製した。このコーティング用組成物中にSUS304基盤を5分間浸漬した後取り出して乾燥した。これを3回繰り返し空気中400℃で1時間焼成したところ、良好な外観の被覆膜が得られた。この被覆膜の鉛筆硬度は7Hであり、基盤目剥離試験の結果は100/100であった。

実施例3~4

実施例1における原料ポリシラザン、溶剤、充填剤、助剤、基盤材料、焼成条件を表-1に示したものに代えた以外は実施例1と同様にしてコーティング組成物を調製し、その性能を評価した。その結果を表-1に示す。

比較例1

実施例1と同一の装置を用いて反応を行った。即ち、参考例1で示した四つ口フラスコに脱気し

乾燥ジクロロメタン250mlを入れ、これを氷冷した。次にジクロロシラン25.0gを加えた。この溶液を氷冷し、攪拌しながら、水酸化ナトリウム管及び活性炭管を通して精製したアンモニア22.3gを窒素との混合ガスとして吹き込んだ。反応中ガス流路に粉塵が生成したので、ガス流路を時々たたいて閉塞を防いだ。

反応混合物を実施例1と同様に処理すると、粘性油状無機シラザンが4.9g得られた。得られたポリマーの数平均分子量はGPCにより測定したところ620であり、1分子中の SiH_3 基の数は1個未満であった。その結果を表-1に示す。

比較例2～3

実施例1と同一の装置を用いて反応を行なった。すなわち参考例1で示した四つ口フラスコに脱気した乾燥ベンゼン300mlを入れ、これを氷冷した。次にジクロロシラン24.0gを加えた。この溶液を氷冷し、攪拌しながら、水酸化ナトリウム管および活性炭管を通して精製したアンモニア23.8gを窒素との混合ガスとして吹き込んだ。反応中ガス

流路に粉塵が生成したので、ガス流路を時々たたいて閉塞を防いだ。

反応混合物を実施例1と同様に処理すると粘性油状無機シラザンが3.1g得られた。得られたポリマーの数平均分子量はGPCにより測定したところ360であった。その結果を表-1に示す。

比較例4

市販のポリチタノカルボシラン(商標名チタノコート)を実施例1と同様の処理を行い、コーティング組成物を得た。その性能を評価したが硬度が充分でなくまたコストも高いものであった。

表 - 1

	原料ポリシラザン	溶 剤	充填剤	助 剤	基盤材料	塗布材料	焼成条件(温度、雰囲気)	鉛筆硬度	基盤目利離試験	外観状況
実施例-1	ポリシラザン 60重量%	オルトキシレン 10重量%	炭化珪素 30重量%	無し	SUS304	刷毛塗り	400℃、窒素ガス	9H以上	100/100	良好
実施例-2	ポリシラザン 30重量%	オルトキシレン 20重量%	アルミナ 50重量%	無し	SUS304	浸漬	400℃、空気	7H	100/100	良好
実施例-3	ポリシラザン 20重量%	オルトキシレン 10重量%	炭化珪素 70重量%	0.5重量%	SUS304	刷毛塗り	800℃、窒素ガス	9H以上	100/100	良好
実施例-4	ポリシラザン 100重量%	無し	無し	無し	SS41	刷毛塗り	250℃、窒素ガス	4H	90/100	良好
比較例-1	ポリシラザン 60重量%	オルトキシレン 10重量%	炭化珪素 30重量%	無し	SUS304	刷毛塗り	400℃、窒素ガス	測定不能	0/100	剥離
比較例-2	ポリシラザン 60重量%	オルトキシレン 10重量%	炭化珪素 30重量%	無し	SUS304	浸漬	400℃、空気	測定不能	0/100	剥離
比較例-3	ポリシラザン 60重量%	オルトキシレン 10重量%	炭化珪素 30重量%	無し	SUS304	刷毛塗り	800℃、窒素ガス	測定不能	0/100	剥離

注記： 1) 助剤はヘキサメチルジシラザンを使用した。

2) 塗布した基盤のサイズ

70mm×30mm×1mm

3) 外観状況、鉛筆硬度、基盤目利離試験の方法は実施例-1と同じである。

第1頁の続き

⑦発明者	田代	裕治	埼玉県入間郡大井町西鶴ヶ岡1丁目3番1号 東亜燃料工業株式会社総合研究所内
⑧発明者	磯田	武志	埼玉県入間郡大井町西鶴ヶ岡1丁目3番1号 東亜燃料工業株式会社総合研究所内